

Attorney Docket No. 01435.0125
Customer Number 22,852

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Application of:)
Axel GOHRT et al.) Group Art Unit: 1772
Serial No.: 09/974,060) Examiner: Not Yet Assigned
Filed: October 11, 2001)
For: **STRUCTURED MULTI-PURPOSE**)
PACKINGS AND THEIR USE)

Assistant Commissioner for Patents
Washington, DC 20231

Sir:

CLAIM FOR PRIORITY

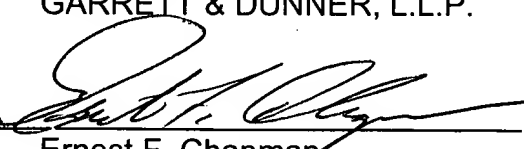
Under the provisions of 35 U.S.C. § 119, Applicants hereby claim the benefit of the filing date of Germany Patent Application No. 100 50 625.9, filed on October 12, 2000, for the above-identified U.S. patent application.

In support of this claim for priority, enclosed is one certified copy of the priority application.

Respectfully submitted,

FINNEGAN, HENDERSON, FARABOW,
GARRETT & DUNNER, L.L.P.

Dated: January 10, 2002

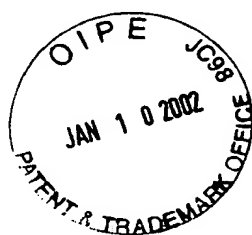
By: 
Ernest F. Chapman
Reg. No. 25,961

ASG/FPD/sci
Enclosures

FINNEGAN
HENDERSON
FARABOW
GARRETT &
DUNNER LLP

1300 I Street, NW
Washington, DC 20005
202.408.4000
Fax 202.408.4400
www.finnegan.com

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 100 50 625.9

Anmeldetag: 12. Oktober 2000

Anmelder/Inhaber: Erdölchemie GmbH, Köln/DE

Bezeichnung: Strukturierte Mehrzweckpackungen
und deren Verwendung

IPC: B 01 J, B 01 D, C 07 B

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 29. November 2001
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Jerofsky

Strukturierte Mehrzweckpackungen und deren Verwendung

Die vorliegende Erfindung betrifft eine strukturierte Mehrzweckpackung mit mindestens Zweifachfunktionalität, die in Lagen alternierend angeordnete Stofftrennungs- und Zweitfunktionalitätselemente enthält, wobei die Stofftrennungselemente eine profilierte Oberfläche besitzen und die Zweitfunktionalitätselemente jeweils zwei oder mehr abgeschlossene und übereinander angeordnete Kammern aufweisen, die mit physikalisch, chemisch oder biologisch wirksamem Material im Sinne der Zweitfunktionalität gefüllt sind, und die Verwendung derartiger strukturierter Mehrzweckpackungen.

In der verfahrenstechnischen Industrie und im Umweltschutz ist es immer wieder von Vorteil, physikalische Transportvorgänge, wie z.B. eine Stofftrennung durch Destillation, Rektifikation oder Absorption, mit chemischen, biologischen oder anderen physikalischen Vorgängen, wie z.B. einer reaktiven oder bakteriellen Umwandlung oder einer Adsorption, als Zweitfunktionalität simultan in einer Prozesseinheit durchzuführen.

Um zwei oder mehr verschiedene Vorgänge in einer einzigen Prozesseinheit kombinieren und optimal durchführen zu können, müssen je nach betrachtetem Stoffsystem und je nach den speziellen Prozessanforderungen verschiedene Parameter flexibel variierbar sein: Für die Realisierung eines optimalen physikalischen Stoffaustauschs einerseits stellen die Kontaktflächen zwischen den unterschiedlichen fluiden Phasen die entscheidende Einflussgröße dar. Für die Zweitfunktionalität andererseits sind die Verweilzeiten sowie die aktiven Oberflächen als Einflussgrößen entscheidend. Um diese verschiedenen Größen in unterschiedlicher Weise variieren zu können, benötigt man auf das Einsatzziel zugeschnittene Einbauten mit Mehrzweckbeugung, d.h. mindestens zweifacher Funktionalität und hoher Flexibilität.

Für bestimmte heterogen katalysierte Reaktionen in Flüssigphasen werden sogenannte katalysierende Festbettreaktoren eingesetzt. EP-A-0 396 650 und EP-A-

0 631 813 beschreiben derartige Vorrichtungen, die stapelartig angeordnete Packungselemente aufweisen, die jeweils aus längs der Hauptströmungsrichtung ausgerichtete Lagen zusammengesetzt sind. Die Innenräume der Packungsteile werden durch parallele Kanäle gebildet, die in Form einer reliefartigen Profilierung der
5 Wände vorliegen. In der EP-A-0 631 813 berühren sich im Innenbereich des Packungsteils die Wände punktuell und sind teilweise durch Punktschweißung oder Nieten verbunden. In beiden Fällen ist das Innere der verbundenen Lagen so ausgestaltet, dass die Befüllung der gesamten Zwischenräume mit Katalysatormaterial durch Aufgabe des Materials an der Packungsoberseite, d.h. von einem einzigen
10 Füllpunkt erfolgen kann. Die Packungselemente der katalysierenden Festbettreaktoren eignen sich auch für einen katalytischen Destillationsprozess (Rektifikation), wenn sie in einer Kolonne gemeinsam mit weiteren sogenannten strukturierten Packungen eingesetzt werden, die der reinen Stofftrennung dienen.

15 Diese Vorrichtungen sind zwar in der Lage, chemische Reaktionen zu katalysieren, ihr entscheidender Nachteil ist aber in einer begrenzten Eignung zur physikalischen Stofftrennung sowie ihrer mangelnden Mehrzwecknutzung und Flexibilität zu sehen. Die schlechte physikalische Stofftrennung ist zum einen auf die undefinierte Stromführung von herabfließender Flüssigkeit und aufsteigendem Gas im Inneren der
20 Kolonne zurückzuführen. Zum anderen sind auch die zur Stofftrennung notwendigen Kontaktflächen zu gering. Die unzureichend definierte Stromführung der Flüssigkeit führt jedoch auch zu einer negativen Beeinflussung der chemischen Umsetzung, da eine vollständige Benetzung des Katalysatormaterials und damit eine hohe Ausnutzung der Katalysatorwirkung nicht erreicht werden kann. Schließlich wird durch
25 die unzureichend definierte Gasführung auch ein unnötig hoher Druckverlust in den Kolonnen verursacht, wodurch sich die Behandlung temperaturempfindlicher Substanzen schwierig gestaltet. Zusammenfassend ist festzustellen, dass aus den vorgenannten Gründen für den Einsatz der bekannten Vorrichtungen eine einfache Bestimmung und Optimierung von Auslegungsparametern, insbesondere der Trennleistung und der Reaktorleistung für unterschiedliche Einsatzzwecke nicht möglich
30 ist. Zudem ist es nicht möglich, einerseits die Reaktivzonen, andererseits die

Kontaktflächen im Hinblick auf die speziellen Erfordernisse der betrachteten Stoffsysteme in optimierender Weise zu variieren.

5 Ein weiterer sehr entscheidender Nachteil der zuvor beschriebenen Vorrichtungen besteht darin, dass sie nach ihrem erstmaligen Einsatz ständig berieselt und feuchtgehalten werden müssen. Unterbleibt die ständige Berieselung und Feuchthaltung, so trocknet und schrumpft das in der Vorrichtung befindliche Katalysatormaterial. Die trockenen, rieselfähigen Katalysatorpartikelchen, z.B. Ionenaustauscherharzkügelchen, sacken dann in den untersten Packungsbereich ab, da alle Bereiche eines
10 katalysierenden Segments miteinander verbunden sind. Bei erneutem Befeuchten des Katalysatormaterials quellen dann die Partikelchen erneut auf und verursachen eine unerwünschte und nachteilige Aufweitung des unteren Packungsteils. Dies kann zu erheblichen Schwierigkeiten beim Ausbau und erneuten Einbau der Packung und sogar zum Platzen von Packungen führen. Zusammenfassend ist festzustellen, dass
15 durch die notwendige Berieselung und Feuchthaltung der beschriebenen Vorrichtungen der operative Aufwand für den Einsatz dieser Vorrichtungen ansteigt, wodurch die wirtschaftliche Attraktivität des Gesamtverfahrens deutlich leidet.

20 Aus der DE-A-197 01 045 sind nun strukturierte Mehrzweckpackungen bekannt, die aus alternierend abwechselnden Lagen von Stofftrennungselementen und Zweitfunktionselementen bestehen. Die Stofftrennungselemente sind aus strukturierten Gewebepapieren oder Blechen gebildet, und die Zweitfunktionalitätselemente sind jeweils abgeschlossen und weisen kleine Kammern auf, welche mit physikalisch, chemisch oder biologisch wirksamem Füllmaterial gefüllt sind. Die Wände der
25 Kammern sind dabei für das Füllmaterial undurchlässig und für mindestens ein Fluidmedium im Verfahren durchlässig. Durch die Kammerbauweise dieser strukturierten Mehrzweckpackung wird eine Katalysatorpartikelansammlung und Aufweitung im unteren Packungsteil vermieden, so dass ein zeitweiliges Trockenlassen der Packung möglich wird, wodurch wiederum die Ein- und Ausbauflexibilität der
30 Packung erhöht wird.

Als Material für die Wände der Zweitfunktionalitätselemente werden in der DE 197 01 045 beispielsweise Metallgewebe genannt. In Versuchen hat sich herausgestellt, dass derartige Zweitfunktionalitätselemente aus Stahlgewebe nicht immer zu optimalen Ergebnissen führen. Beispielsweise werden bei Reaktivrektifikationen zur Herstellung von tert. Alkoholen aus den entsprechenden Isoolefinen und Wasser an sauren Ionenaustauschern mit derartigen Mehrzweckpackungen vom wirtschaftlichen Standpunkt aus gesehen unbefriedigende Resultate erzielt.

Die Aufgabe der Erfindung bestand somit darin, verbesserte, strukturierte Mehrzweckpackungen zur Verfügung zu stellen, die gleichzeitig über exzellente Stofftrennungseigenschaften sowie eine exzellente Wirksamkeit der chemischen, biologischen oder physikalischen Zweitfunktionalität verfügen.

Überraschenderweise wurde nun gefunden, dass durch die Verwendung eines polymeren Materials für die Ausbildung der Kammerwände der Zweitfunktionalitätselemente eine deutliche Verbesserung der Wirksamkeit des chemischen, biologischen oder physikalischen Vorgangs erzielt werden kann.

Gegenstand der Erfindung sind strukturierte Mehrzweckpackungen, die in Lagen alternierend angeordnete Stofftrennungselemente (1) und Zweitfunktionalitätselemente (2) enthalten, wobei die Stofftrennungselemente eine profilierte Oberfläche besitzen und die Zweitfunktionalitätselemente jeweils zwei oder mehr abgeschlossene und übereinander angeordnete Kammern (3) aufweisen, die mit physikalisch, chemisch oder biologisch wirksamem Füllmaterial gefüllt sind, wobei jeweils zwischen zwei Kammern ein Abstand besteht, der von einem Flüssigkeit leitenden Bereich (6) überbrückt wird, wobei diese strukturierten Mehrzweckpackungen dadurch gekennzeichnet sind, dass die Wände der Kammern der Zweitfunktionalitätselemente aus einem polymeren Material aufgebaut sind.

Die Stofftrennungselemente besitzen eine profilierte, bevorzugt gewellte, Oberfläche. Üblicherweise werden sie aus Blechen (7), bevorzugt aus Schwarzstahl, Edelstahl,

Hastelloy, Kupfer oder Aluminium oder strukturierten Gewebepahnen, beispielsweise auf der Basis von Kunststoffmaterialien wie Teflon, gebildet.

5 Die Zweitfunktionalitätselemente weisen jeweils zwei oder mehr abgeschlossene und übereinander angeordnete, bevorzugt kissenförmige Kammern (3) auf, die mit physikalisch, chemisch oder biologisch wirksamem Füllmaterial gefüllt sind, und deren Wände aus einem polymeren Material aufgebaut sind. Üblicherweise sind auch die zwischen den Kammern befindlichen, Flüssigkeit leitenden Bereiche (6) aus dem gleichen polymeren Material aufgebaut.

10

Als polymeres Material sind Polyamide, Polyolefine oder halogenierte, bevorzugt fluorierte Polyolefine geeignet. Als Polyolefine können beispielsweise Polyethylen oder Polypropylen eingesetzt werden. Als halogenierte Polyolefine können Polytetrafluorethylen oder Polyvinylchlorid zum Einsatz gelangen. Als Polyamid hat sich 15 Nylon bewährt. In besonders bevorzugter Weise wird Polyethylen als Material für die Kammerwände sowie die Flüssigkeit leitenden Bereiche (6) der Zweitfunktionalitätselemente eingesetzt.

20

Das polymere Material mit einer guten Benetzbarkeit für Wasser kommt üblicherweise in Form von Geweben, Gewirken, Geflechten oder Netzmaterial zum Einsatz, welche für das Füllmaterial undurchlässig und für mindestens ein Fluidmedium im Prozess durchlässig sind. In bestimmten Fällen, bevorzugt solchen mit einer chemischen oder biologischen Zweitfunktionalität, kann es wichtig sein, dass das polymere Material für alle miteinander zur Umsetzung gelangenden Reaktionspartner 25 durchlässig ist.

30

Das physikalisch, chemisch oder biologisch wirksame Füllmaterial für die Kammern der Zweitfunktionalitätselemente kann entweder in fester oder auch in flüssiger Form vorliegen. Wird ein flüssiges Füllmaterial, z.B. katalysierende Flüssigkeiten oder Absorptions- bzw. Extraktionsmittel, verwendet, so müssen die aus polymerem Material aufgebauten Wände der Kammern für die Füllungsflüssigkeit undurchlässig

sein, gleichzeitig aber für mindestens ein Fluid, bzw. mindestens eine Fluidkomponente, des Reaktionssystems permeabel sind. Falls notwendig, können die Zweitfunktionalitätselemente in diesem Fall auch durch eine Metallgewebeschicht in der Mitte gestützt werden (siehe auch nachfolgende Figur 5).

5

Bei dem chemisch oder biologisch wirksamen Füllmaterial handelt es sich üblicherweise um katalytisch aktives Material. Anwendung finden als Füllmaterial beispielsweise Ionenaustauscher, Aktivkohle, Trägermaterial mit Biofilm oder Extraktionsmittel. Wie bereits geschildert können die Zweitfunktionalitätselemente auch durch eine zusätzlich Metallgewebeschicht oder ein Zwischenblech stabilisiert sein.

10

Stofftrennungselemente und Zweitfunktionalitätselemente sind in der strukturierten Mehrzweckpackung in Lagen alternierend angeordnet. Die Ausführungsform der Mehrzweckpackung ist üblicherweise dergestalt, dass die Stofftrennungselemente und die Zweitfunktionalitätselemente nach Einbau in einen Reaktor oder eine Kolonne parallel zur Hauptströmungsrichtung oder im Winkel dazu versetzt angeordnet sind.

15

20

In den Kammern der Zweitfunktionalitätselemente kommt die herabfließende Flüssigkeit mit dem darin befindlichen wirksamen Material, insbesondere mit dem Katalysator, in Kontakt. Danach tritt die Flüssigkeit wieder aus der Kammer heraus, fließt den Zwischenbereich hinunter und steht hierbei für einen Stoffaustausch mit dem aufwärts strömenden Gas zur Verfügung. Der flächige Zwischenbereich sorgt dafür, dass die Flüssigkeit in definierter Weise wieder zur nächsten Kammer geführt wird. Das aufsteigende Gas wird mit Hilfe der Stofftrennungselemente, die auch als Turbulenzpromotoren für die Gasströmung dienen, an den Zweitfunktionalitätselementen vorbeigeführt.

25

30

Gegenstand der Erfindung ist ferner ein Verfahren zur kombinierten Durchführung einer physikalischen Stofftrennung mit einem chemischen oder biologischen Vor-

gang oder mit einem zweiten, von der ersten physikalischen Stofftrennung verschiedenen physikalischen Stofftrennungsvorgang unter Einsatz der erfindungsgemäßen strukturierten Mehrzweckpackung.

5 Im erfindungsgemäßen Verfahren kann es sich bei der physikalischen Stofftrennung beispielsweise um eine Destillation, Rektifikation, Absorption, Adsorption oder Extraktion handeln. Ein simultan durchzuführender physikalischer Vorgang kann prinzipiell aus den gleichen Methoden der Stofftrennung ausgewählt werden. Als
10 simultan durchzuführende chemische oder biologische Vorgänge kommen beispielsweise bakterielle Umwandlungen oder chemische Reaktionen in Frage. Bei den chemischen Reaktionen kann es sich beispielsweise um eine Alkylierung, Isomerisierung, Veresterung, Veretherung, Hydratation, Dimerisierung, Oligomerisierung oder Polymerisation handeln.

15 Das erfindungsgemäßen Verfahren kann somit als Kombination einer physikalischen Stofftrennung mit einer chemischen oder biologischen Zweitfunktionalität durchgeführt werden, z.B. als heterogene Reaktivrektifikation, als Reaktivabsorption, Reaktivadsorption, einschließlich der Adsorption an Biofilmen oder auch um eine Stofftrennung mit simultaner biologischer Umwandlung handeln.

20 Ferner kann es sich beim erfindungsgemäßen Verfahren auch um Kombinationen unterschiedlicher physikalischer Stofftrennungsmechanismen handeln, wie der Rektifikation oder Absorption als Erstfunktionalität und einer Adsorption oder Extraktion als Zweitfunktionalität.

25 Bewährt hat sich das erfindungsgemäße Verfahren für eine heterogene Reaktivrektifikation zur Herstellung tertiärer Alkohole durch Umsetzung von tertiären Olefinen gleicher C-Atom Zahl mit Wasser an einem sauren Ionenaustauscher.

30 Bevorzugt handelt es sich um eine Reaktivrektifikation zur Herstellung tertiärer C₄- bis C₈-Alkohole, besonders bevorzugt C₅-, C₆- oder C₇-Alkohole, insbesondere von

Tertiäramylalkohol (TAA), durch Umsetzung der entsprechenden tertiären Olefine, insbesondere Isoamylen, mit Wasser an einem sauren Ionenaustauscher.

5 Durch die Verwendung der erfindungsgemäßen strukturierten Mehrzweckpackung wird beispielsweise bei der Herstellung von TAA aus Isoamylen und Wasser eine substantiell höhere Ausbeute an TAA bezogen auf das eingesetzte Isoamylen und eine längere Standzeit des Katalysators erzielt als bei Verwendung einer struk-
10 turierten Mehrzweckpackung, bei der das Kammermaterial der Zweitfunktionalitätselemente nicht aus einem polymeren Material sondern aus Metall, beispielsweise Stahl, besteht.

Die erfindungsgemäße Reaktivrektifikation zur Herstellung tertiärer Alkohole erfolgt unter Einsatz von tertiären Olefinen. Diese tertiären Olefine können entweder in Form von Destillationsschnitten, die das entsprechende tertiäre Olefin enthalten, oder
15 aber auch in angereicherter oder reiner Qualität eingesetzt werden. Isoamylen (Isomerenmischung aus 2-Methylbuten-1 und 2-Methylbuten-2) kann beispielsweise in Form eines C₅-Destillationsschnitt eingesetzt werden, der üblicherweise mindestens 5, bevorzugt mindestens 10 Gew.-% Isoamylen enthält. Solche Schnitte enthalten im Prinzip neben dem Isoamylen geradkettige C₅-Olefine, gewisse Mengen der korres-
20 pondierenden Alkane und einige höhere und niedrigere Kohlenwasserstoff-Komponenten. In bevorzugter Weise wird ein angereicherter Isoamylenstrom verwendet, der üblicherweise ca. 20 – 95 Gew.-% Isoamylen enthält. Besonders bevorzugt findet ein im wesentlich reiner Isoamylenstrom Anwendung, der mindestens 95 Gew.-% Isoamylen enthält. Ein derartiger, im wesentlichen reiner Isoamylenstrom wird
25 beispielsweise aus der Spaltung von Tertiäramylmethylether (TAME) erhalten.

Als Katalysatoren für die Hydratation der tertiären Olefine können bei dieser Reaktivrektifikation alle bekannten sauren Kationenaustauscher, die durch Polymeri-
30 sation oder Copolymerisation aromatischer Vinylverbindungen gefolgt von einer Sulfonierung erhältlich sind. Beispiele für aromatisch Vinylverbindungen, die zur Polymerisation oder Copolymerisation eingesetzt werden können, sind: Styrol,

Vinyltoluol, Vinylnaphthalin, Vinylethylbenzol, Methylstyrol, Vinylchlorbenzol und Vinylxylol. Die Herstellungsmethode für diese Polymere oder Copolymere kann breit variiert werden. Die Mono- oder Copolymerisation der genannten Monomere kann beispielsweise auch in Gegenwart von Polyvinylverbindungen zwecks Vernetzung durchgeführt werden: Als Polyvinylverbindungen sind hierfür Divinylbenzol, Divinyltoluol oder Divinylphenylether geeignet. Die Mono- oder Copolymere können in Gegenwart oder Abwesenheit von Lösungsmitteln oder Dispergiermitteln unter Verwendung verschiedenster Initiatoren wie z.B. anorganischen oder organischen Peroxiden oder Persulfaten hergestellt werden.

Bewährt haben sich als saure Kationenaustauscher vor allem sulfonierte Phenol-Formaldehyd-Harze, sulfonierte Cumaron-Inden-Kondensationsprodukte, sulfonierte Polystyrole oder sulfonierte Styrol-Divinylbenzol-Harze, die jeweils in ihrer H^+ -Form eingesetzt werden. In bevorzugter Weise werden sulfonierte Styrol-Divinylbenzol-Harze mit einem Vernetzungsgrad (Gehalt an Divinylbenzol) von 2-65 Gew.-%, bevorzugt 8-25 Gew.-% eingesetzt. Solche sauren Kationenaustauscher sind dem Fachmann bekannt und unter vielen Bezeichnungen im Handel erhältlich.

Die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens erfolgt so, dass die sauren Kationenaustauscher mit einer solchen Menge an gesamtem Einsatzgemisch beaufschlagt werden, dass eine Raumgeschwindigkeit (LHSV = liquid hourly space velocity) von 0,05-1 l Einsatzgemisch pro Liter Katalysator und Stunde, bevorzugt 0,1-0,4 l Einsatzgemisch pro Liter Katalysator und Stunde erreicht wird.

Durch Variation der Wassermenge, die bei der Herstellung von tertiären Alkoholen in einer Reaktivrektifikation gemäß dem erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzt wird, kann das Produktspektrum der Umsetzung sowie die Standzeit des Katalysators beeinflusst werden. Die eingesetzte Wassermenge kann überstöchiometrisch, äquimolar oder unterstöchiometrisch, bezogen auf das eingesetzte tertiäre Olefin sein. Bevorzugt wird ein Wasserüberschuss von 10 bis 90 Mol-% und besonders bevorzugt

von 30 bis 70 Mol-% eingesetzt. Für die Herstellung von TAA aus Isoamylen und Wasser wird insbesondere mit einem Wasserüberschuss von 40 bis 50 Mol-% bezogen auf das eingesetzte Isoamylen, verwendet.

5 Bei Verwendung einer geringeren Menge an Wasser kommt es in höherem Mass zur Dimerisierung und zum Teil auch Oligomerisierung des tertiären Olefins. Die gebildeten Dimere und Oligomere sind sehr hydrophob, so dass sie den Transport von Wasser an die Reaktionszentren erschweren. Da das Wasser nicht ungehindert mit dem tertiären Olefin reagieren kann, sind geringere Umsätze die Folge. Dimere und Oligomere setzen sich außerdem in den Poren des Ionenaustauschers fest, sind beispielsweise durch Spülen nur schwer wieder vom Katalysator entfernb
10 ar und verursachen somit eine irreversible Veränderung der Urmorphologie des Katalysators. Da ein Teil der sauren Zentren des Kontakts auf diese Weise blockiert wird, nimmt die Aktivität und damit die Standzeit des Ionenaustauschers ab.

15

Der Überschuss an Wasser darf auf der anderen Seite auch nicht zu groß sein, da es sonst im Sumpf des Reaktors der Reaktivrektifikation zur Ausbildung einer wässrigen und einer organischen Phase kommt, was das Auftreten von Siedeverzügen zur Folge hat. Dies führt zu einer unruhigen Fahrweise des Reaktors und verhindert eine gute Belastung der katalytischen Packung und damit eine kontinuierliche Herstellung der tertiären Alkohole.

20

Die erfindungsgemäße Reaktivrektifikation zur Herstellung von tertiären Alkoholen liefert den tertiären Alkohol in einer Reinheit von 50 bis über 99 Gew.-%, bevorzugt von 70 bis 95 Gew.-%, besonders bevorzugt von 85 bis 90 %. Ist eine weitere Aufreinigung des tertiären Alkohols gewünscht, so kann sich an die Reaktivrektifikation auch eine weitere Destillation des tertiären Alkohols anschließen. Mittels azeotroper Destillation unter Wasserabscheidung können Reinheiten von über 99 Gew.-% erreicht werden. Die Durchführung einer derartigen Destillation ist dem Fachmann hinlänglich bekannt.

25

30

Verglichen mit Mehrzweckpackungen, deren Zweitfunktionalitätselemente Kammerwände auf der Basis von Stahl aufweisen, können durch den Einsatz der Mehrzweckpackungen mit Kammerwänden auf der Basis eines polymeren Materials die Ausbeuten im erfindungsgemäßen Verfahren substantiell verbessert werden. Gleichzeitig wird auch die Standzeit des in den Kammern der Zweitfunktionalitätselemente befindlichen chemisch, biologisch oder physikalisch wirksamen Materials deutlich erhöht. Möglicherweise gelangen die Reaktionskomponenten bei Verwendung eines polymeren Materials für die Kammerwände besser an die reaktiven Stellen des wirksamen Materials in den Kammern.

Darüberhinaus ist es möglich, Anzahl und Volumen der Zweitfunktionalitätselemente sowie die Anzahl der Stofftrennungselemente je nach betrachteter Problemstellung zu variieren und im Bausatzprinzip zusammenzustellen, so dass einerseits die Stofftrennungseigenschaften, und andererseits die Wirksamkeit der Zweitfunktionalität auf die Notwendigkeiten des betrachteten Stoff- bzw. Reaktionssystems ausgerichtet werden können. Mit der erfindungsgemäßen Mehrzweckpackung werden somit eine exzellente Wirksamkeit und eine hohe Einsatzflexibilität realisiert.

Nachfolgend wird der Aufbau der strukturierten Mehrzweckpackungen sowie der Reaktor für eine Reaktivrektifikation zur Herstellung tertiärer Alkohole unter Einsatz einer strukturierten Mehrzweckpackung anhand von Zeichnungen näher beschrieben.

Die Figuren 1a, b und c zeigen eine Draufsicht verschiedener Ausführungen der strukturierten Mehrzweckpackung.

Die Figuren 2a und b zeigen ausschnittsweise eine Vorderansicht verschiedener Ausführungen des Zweitfunktionalitätselements der strukturierten Mehrzweckpackung mit abgeschlossenen Kammern.

Die Figuren 3a und b zeigen ausschnittsweise eine Seitenansicht verschiedener Ausführungen des Zweitfunktionalitätselements der strukturierten Mehrzweckpackung mit abgeschlossenen Kammern.

- 5 Die Figuren 4a und b zeigen eine perspektivische Ansicht verschiedener Ausführungen der strukturierten Mehrzweckpackung mit Zweitfunktionalitätselementen und Stofftrennungselementen.

- 10 Die Figuren 5a und b zeigen eine Vorderansicht verschiedener Ausführungen des Zweitfunktionalitätselements der strukturierten Mehrzweckpackung mit zerlegten Wänden.

- 15 Wie in den Figuren 4a und 4b dargestellt wird, sind die in den Figuren 1a, b und c dargestellten Stofftrennungselemente (1) sowie die Zweitfunktionalitätselemente (2) in Lagen alternierend angeordnet. Anzahl und Volumen der Zweitfunktionalitätselemente sowie die Anzahl der Stofftrennungselemente können je nach betrachtetem Reaktionssystem variiert werden, beispielhaft dargestellt ist dies in den unterschiedlichen Ausführungen in Figur 1a, b und c. Es können daher sowohl die Aufenthaltszeiten und wirksamen Oberflächen in den Zweitfunktionalitätselementen, als auch
- 20 die Kontaktflächen in den Stofftrennungselementen auf das betrachtete Stoffsystem zugeschnitten werden. Bei der Montage können die Zweitfunktionalitätselemente wie in Figur 1c durch fluiddurchlässige Stabilisierungsbleche (10) verstärkt werden, dies ist jedoch aus funktionalen Gründen nicht zwingend erforderlich, vgl. Figur 1a und b.

- 25 In Figur 2a und b ist eine Vorderansicht verschiedener Ausführungen eines Zweitfunktionalitätselementes zu erkennen. Zu erkennen sind bei allen Ausführungen die vollständig abgeschlossenen, übereinander angeordneten, hinreichend kleinen Kammern (3), die beispielsweise mit katalytischem, adsorbierendem oder biologisch wirksamem Material gefüllt sind. Die aus polymerem Material aufgebauten Wände
- 30 der Kammern sind einerseits fluiddurchlässig, andererseits undurchlässig für das Füllmaterial. Wie in Figur 2b dargestellt ist, können in einer horizontalen Lage

mehrere Kammern (3) angeordnet werden, die in der nächst tieferen Lage alternierend versetzt werden können. Ebenso ist es möglich, wie in Figur 2a in jeder horizontalen Lage nur eine abgeschlossene Kammer anzuordnen. Die Kammern (3) und die leitenden Bereiche (6) bilden zusammen eine vertikale flächige Schicht (2).

5

Figur 3a und b zeigen Seitenansichten eines Zweitfunktionalitätselementes mit abgeschlossenen Kammern (3). Die Kammern, deren Wände aus dem polymeren Material aufgebaut sind, entstehen, indem die Ober- und Unterseiten der Seitenwände (4a) und (4b) der Zweitfunktionalitätselemente sowohl an den Außenrändern (5) als auch in den Kammerzwischenräumen (6) fest zusammengefügt werden, so dass die Kammern bezüglich des Füllmaterials dicht abgeschlossen sind. Dieses Zusammenfügen erfolgt durch Verschweißen, bevorzugt mit Ultraschall. Es ist sinnvoll, einen geringen Freiraum zwischen den Zweitfunktionalitätselementen und den Rändern der Packung zu belassen, um ein Umfließen der Zweitfunktionalitätselemente zu erleichtern.

10

15

Figur 4a und b zeigen eine perspektivische Ansicht eines Elementes der strukturierten Mehrzweckpackung. Man erkennt die in Lagen alternierende Anordnung der unterschiedlichen Funktionsteile. Die Stofftrennungselemente (1), die funktional ausschließlich der Stofftrennung dienen, bestehen aus strukturierten Gewebepahnen bzw. Blechen 7 mit unterschiedlicher Profilierung. Dabei ist es vorteilhaft, wenn sich die Orientierung der Kanäle der Gewebepahnen alternierend verändert. Es können verschiedenste Ausführungen von strukturierten Gewebepahnen eingesetzt werden, die Auswahl der geeignetsten erfolgt im Sinne der zielgerichteten Optimierung in bezug auf das Einsatzziel der Mehrzweckpackung. An ihren Berührungspunkten (11) können die unterschiedlichen funktionalen Einheiten fest verbunden werden, hierauf kann jedoch zu Gunsten einer größeren Flexibilität verzichtet werden. Ein Kragen (8) mit lappenartigen Vorsprüngen (9), wie bei strukturierten Packungen üblich, umschließt die Funktionselemente fest und stabilisiert die Mehrzweckpackung darüber hinaus in der Kolonne.

20

25

30

Das gezeigte Packungselement ist für eine Mehrzweckkolonne mit kreisförmigem Querschnitt vorgesehen, die Realisierung der Mehrzweckpackung ist jedoch grundsätzlich für alle Querschnitte möglich.

5 Figur 5a und b zeigen verschiedene Ausführungen des Aufbaus eines Zweitfunktio-
nalitätselementes. Zwei vorgeformte polymere Gewebepahnen (4a) und (4b) werden
zusammengefügt. Die entstehenden Kammern (3) werden vor dem Verschließen
gefüllt. Eine vollständige Füllung der Kammern ist dabei nicht erforderlich. Die
Füllmenge ist ebenfalls variabel im Sinne der zielgerichteten Optimierung in bezug
10 auf den Einsatzzweck.

Figur 6 zeigt den Aufbau eines Reaktors zur Herstellung tertiärer Alkohole mittels
Reaktivrektifikation unter Einsatz einer erfindungsgemäßen strukturierten Mehr-
zweckpackung. Die Zuführung des tertiären Olefinstroms erfolgt über die Zuleitung
15 (R1) unterhalb der strukturierten Mehrzweckpackung. Die Zuführung des Wassers
erfolgt über die Zuleitung (R2) oberhalb der strukturierten Mehrzweckpackung.
Tertiäres Olefin und Wasser strömen somit im Gegenstrom durch die strukturierte
Mehrzweckpackung (R3) über den darin befindlichen, in Kammern gefüllten
Ionenaustauscher. Am Kopf der Kolonne wird nicht umgesetztes tertiäres Olefin im
20 Azeotrop mit Wasser (im Fall der TAA-Herstellung aus 98 Gew.-% Isoamylen und 2
Gew.-% Wasser) kondensiert (R4) und zusammen mit Frischwasser oberhalb der
katalytischen Packung in die Kolonne zurückgeführt (R5). Der hergestellte tertiäre
Alkohol sowie im Überschuss vorhandenes Wasser gelangen in den Sumpf des
Reaktors, werden dort (R6) oder wahlweise über einen Seitenstrom (R7) entnommen
25 und im Falle einer gewünschten weiteren Aufreinigung einer Destillationskolonne
zwecks azeotroper Destillation zugeführt.

Beispiele:**Vergleichsbeispiele 1 und 2 (VB1 und VB2):**

5 Die Herstellung von Tertiäramylalkohol (TAA) erfolgt durch Umsetzung von
Isoamylen und Wasser mittels einer kontinuierlich betriebenen Reaktivrektifikation
in dem in Figur 6 dargestellten Reaktor. Der Kolonnendurchmesser beträgt dabei
55 mm. Der Packungsdurchmesser beträgt 213 mm. Die eingestellte Rücklaufmenge
10 beträgt 25 kg/h bei einem unendlichen Rücklaufverhältnis. Die Temperatur im
Reaktor beträgt in Höhe der Mehrzweckpackung ca. 60°C und im Sumpf zwischen
110 und 125°C bei einem Gesamtdruck von 2.2 bar in der Kolonne.

Als strukturierte Mehrzweckpackung dient die Multifunktionspackung Montz
Multipak® der Firma Montz GmbH, bei der die Wände der Kammern der Zweifunk-
15 tionalitätselemente aus Stahl bestehen. Diese Multifunktionspackung ist befüllt mit
ca. 4 kg (entsprechend 5,5 Liter) eines saure Schwefelgruppen enthaltenden Styrol-
Divinylbenzol-Harzes (Lewatit® K26 31 der Bayer AG).

20 Als Einsatzstrom dient ein Isoamylenstrom, der durch die Spaltung von Tertiäramyl-
methylether erhalten wurde und eine Reinheit von über 99 Gew.-% Isoamylen auf-
weist.

Die übrigen Versuchsbedingungen sowie die Ergebnisse der Reaktivrektifikation
sind in Tabelle 1 dargestellt.

25

Beispiele 1 und 2 (B1 und B2):

Die Durchführung erfolgt analog zu den Vergleichsbeispielen 1 und 2. Die eingesetzte Multifunktionspackung ist identisch zur Multifunktionspackung Multipak® der Firma Montz GmbH, die Kammern der Zweitfunktionalität sind jedoch nicht aus Stahl sondern aus Polyethylengewebe aufgebaut.

Die übrigen Versuchsbedingungen sowie die Ergebnisse der Reaktivrektifikation sind in Tabelle 1 dargestellt.

Tabelle 1

	VB 1	B1	VB2	B2
Isoamylen-Einsatzstrom [g/h]	800	800	1200	1200
Wasser Einsatz [g/h]	224	202	312	306
Verhältnis Wasser/Isoamylen-Einsatzstrom [g/g]	0,28	0,25	0,26	0,26
TAA-Produktion [g/h]	668	994	887	1448
TAA-Gehalt im Sumpf [%]	69,5	97,8	55,6	97,7
TAA-Umsatz bezogen auf Isoamylen-Einsatzstrom [%]	67,1	94,0	58,2	95,9

Patentansprüche:

1. Strukturierte Mehrzweckpackungen, die in Lagen alternierend angeordnete Stofftrennungselemente (1) und Zweitfunktionalitätselemente (2) enthalten,
5 wobei die Stofftrennungselemente eine profilierte Oberfläche besitzen und die Zweitfunktionalitätselemente jeweils zwei oder mehr abgeschlossene und übereinander angeordnete Kammern (3) aufweisen, die mit physikalisch, chemisch oder biologisch wirksamem Füllmaterial gefüllt sind, wobei jeweils zwischen zwei Kammern ein Abstand besteht, der von einem Flüssigkeit leitenden Bereich (6) überbrückt wird, dadurch gekennzeichnet sind, dass die
10 Wände der Kammern der Zweitfunktionalitätselemente aus einem polymeren Material aufgebaut sind.
2. Strukturierte Mehrzweckpackungen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei dem polymeren Material um Polyamide, bevorzugt
15 Nylon, Polyolefine, bevorzugt Polyethylen, oder halogenierte, bevorzugt fluorierte, Polyolefine, insbesondere Polytetrafluorethylen oder Polyvinylchlorid handelt.
3. Strukturierte Mehrzweckpackungen nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Wände der Kammern der Zweitfunktionalitätselemente die Form von Geweben, Gewirken, Geflechten oder Netzmaterial besitzen.
20
4. Strukturierte Mehrzweckpackungen nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das physikalisch, chemisch oder biologisch wirksame Füllmaterial für die Kammern der Zweitfunktionalitätselemente in fester oder in flüssiger Form vorliegt.
25
5. Strukturierte Mehrzweckpackungen nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei dem Füllmaterial um Ionen-
30

austauscher, Aktivkohle, Trägermaterial mit Biofilm oder Extraktionsmittel handelt.

- 5 6. Verfahren zur kombinierten Durchführung einer physikalischen Stofftrennung mit einem chemischen oder biologischen Vorgang oder mit einem zweiten, von der ersten physikalischen Stofftrennung verschiedenen physikalischen Stofftrennungsvorgang, dadurch gekennzeichnet, dass eine strukturierte Mehrzweckpackung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5 eingesetzt wird.
- 10 7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei der physikalischen Stofftrennung um eine Destillation, Rektifikation, Absorption, Adsorption oder Extraktion handelt.
- 15 8. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei dem chemischen Vorgang um eine Alkylierung, Isomerisierung, Veresterung, Veretherung, Hydratation, Dimerisierung, Oligomerisierung oder Polymerisation handelt.
- 20 9. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass es sich um eine heterogene Reaktivrektifikation, Reaktivabsorption, Reaktivadsorption, Adsorption an Biofilmen oder um eine Stofftrennung mit simultaner biologischer Umwandlung handelt.
- 25 10. Verfahren nach Anspruch 9 zur Herstellung tertiärer Alkohole durch Umsetzung von tertiären Olefinen gleicher C-Atom Zahl mit Wasser an einem sauren Kationenaustauscher.

- 5 11. Verfahren nach Anspruch 9 zur Herstellung tertiärer C₄- bis C₈-Alkohole, bevorzugt von C₅-, C₆- oder C₇-Alkoholen, insbesondere von Tertiäramylalkohol durch Umsetzung der entsprechenden tertiären Olefine, bevorzugt tertiären C₅-, C₆- oder C₇-Olefinen, insbesondere Isoamylen, mit Wasser an einem sauren Kationenaustauscher.

Strukturierte Mehrzweckpackungen und deren Verwendung

Z u s a m m e n f a s s u n g

Die vielseitig einsetzbare, speziell strukturierte Mehrzweckpackung besitzt mindestens eine Zweifachfunktionalität und enthält in Lagen alternierend angeordnete Stofftrennungs- und Zweitfunktionalitätselemente, wobei die Stofftrennungselemente eine profilierte Oberfläche besitzen und die Zweitfunktionalitätselemente jeweils zwei oder mehr abgeschlossene und übereinander angeordnete Kammern aufweisen, die mit physikalisch, chemisch oder biologisch wirksamem Material im Sinne der Zweitfunktionalität gefüllt sind.

Fig. 1a

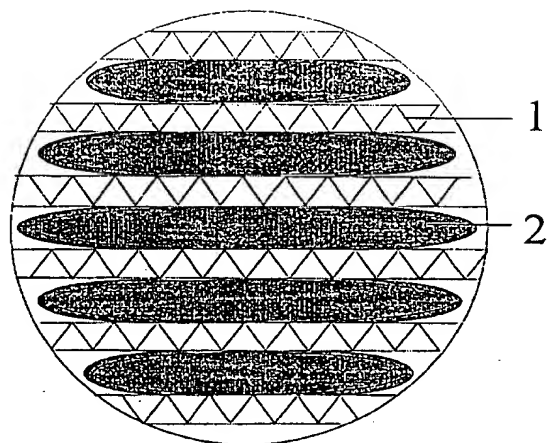


Fig. 1b

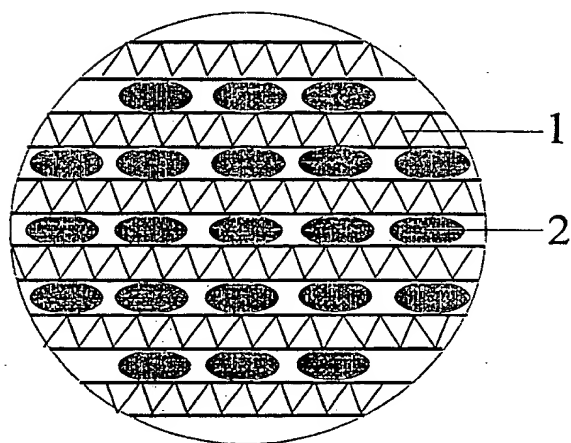


Fig. 1c

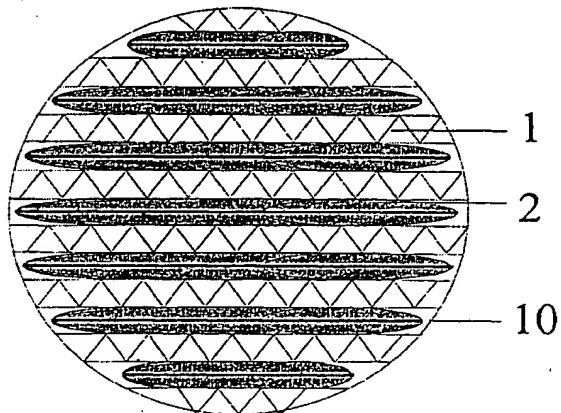


Fig. 2a:

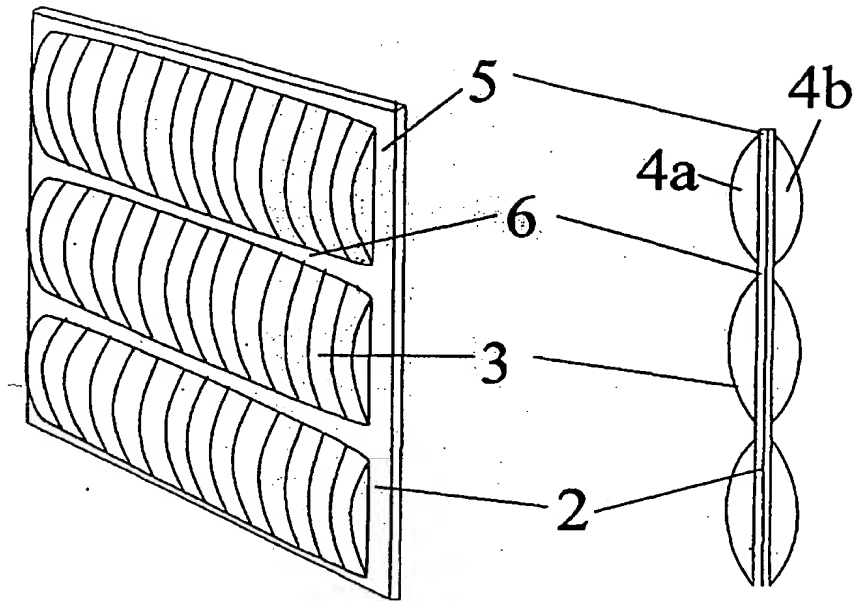


Fig. 3a:

Fig. 2b:

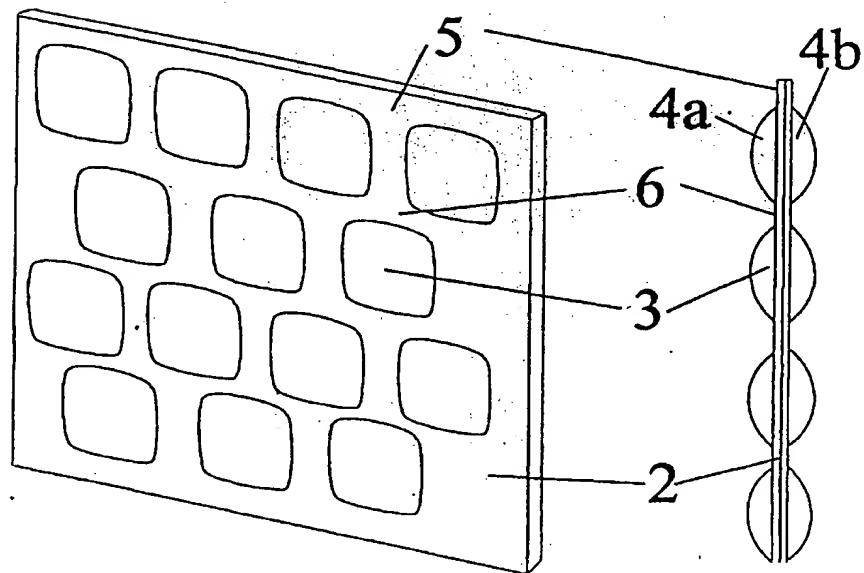


Fig. 3b:

Fig. 4a:

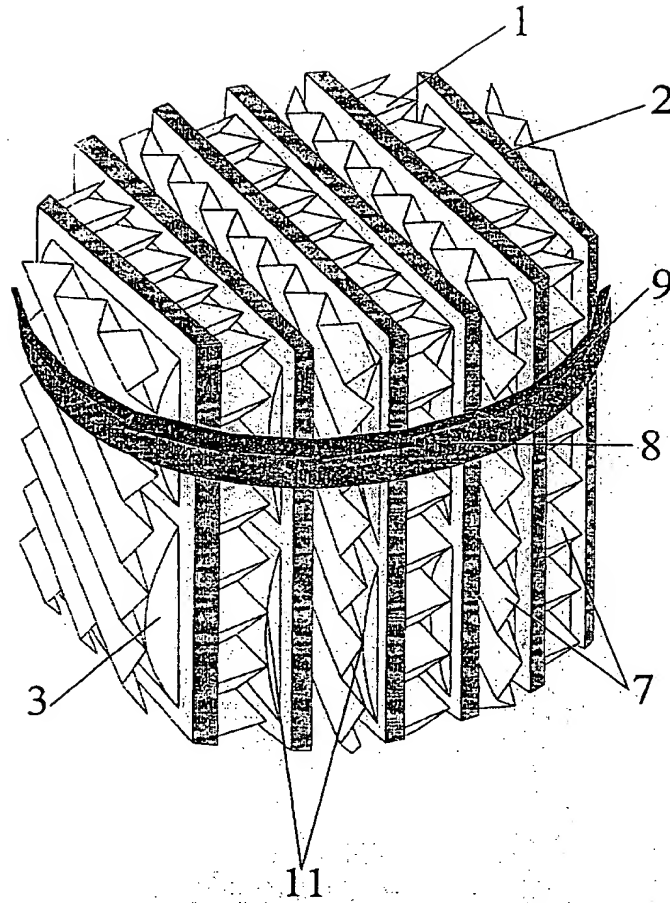


Fig. 4b:

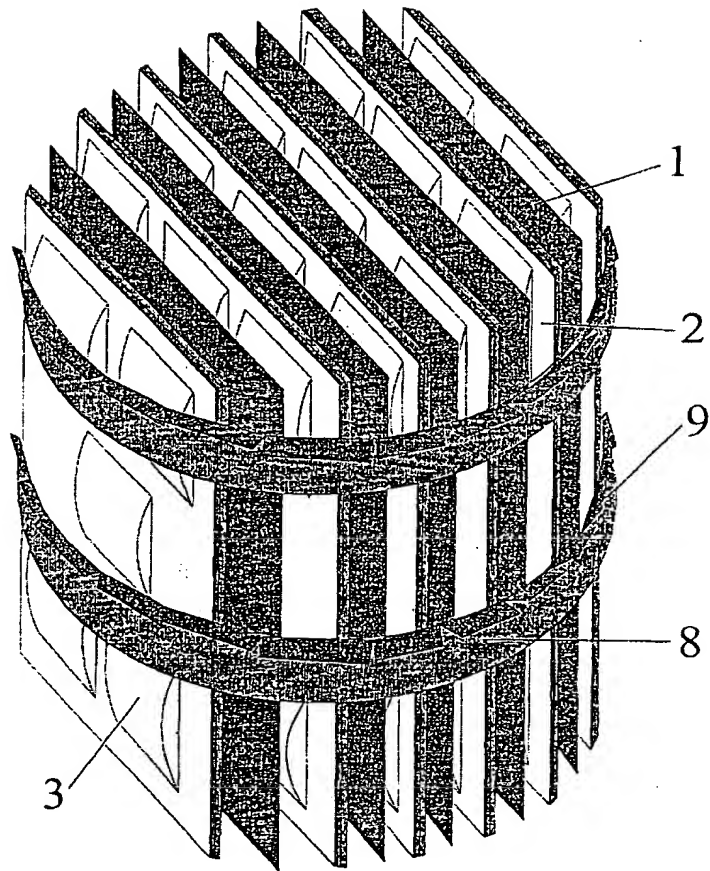


Fig.5(a)

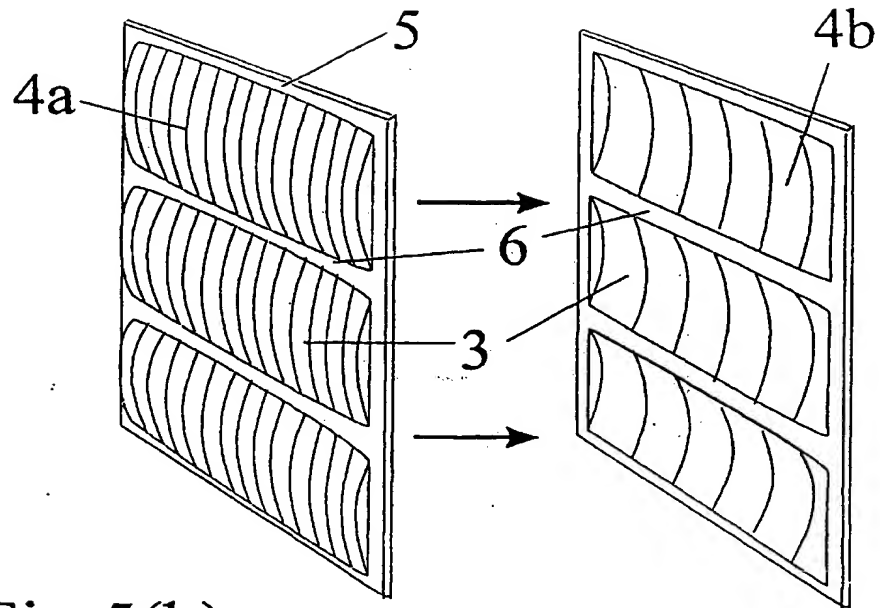


Fig.5(b)

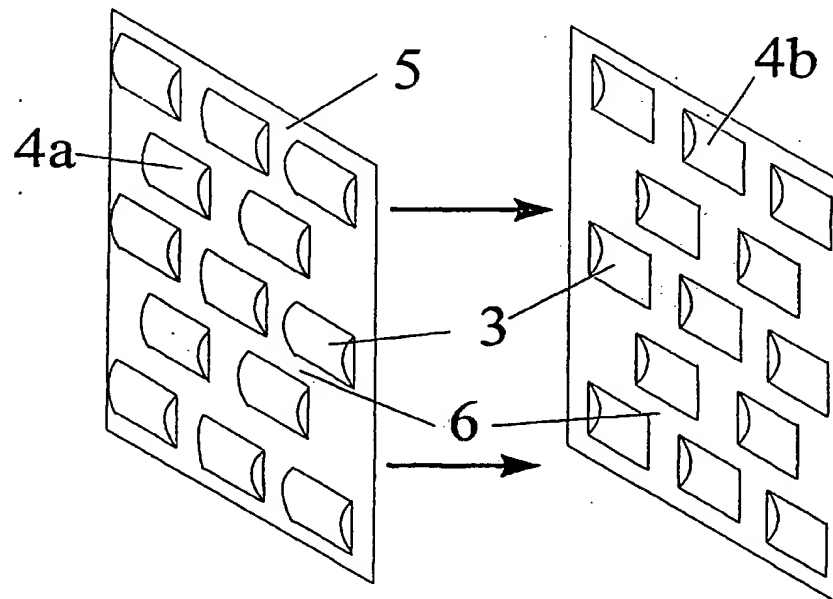


Fig.6

